

発明者
F アメリカ合衆国ミンガン州ミクドランド、レオナードレーン 304
ダーレル、デユアンヌ、ミフチエル (Hah 1 &)

3. 特許出顧人 # アメリカ合衆国ミシガン州ミッドランド

名 称 ダウ、コーニング、コーポレーション

(代表者) レスリー、ジュニア、タイラー

国 和 アメリカ合衆国 4.代 即 人

第 代 理 人 別 所 早100 東京都千代田区大手町二丁目2番1号 新 大 手 町 ビ ル デ ン グ 3 3

版 第(211)3 6 版 第(6669)中班士 第 书 作 方

51. 2. 5

51. 2. 5 51 011200 第次

(iib 2)

明 顧 1. 発明の名称

キュア可能な有機ポリシロキサン組成物 2.特許 耐求の範囲

(1) (4) 7 5 乃亜 8 5 モルギ 0₆ H₈810_{5/2} 単位 及び 1 5 万 亜 2 5 モルギ CH₂→CH(CH₃)2810_{1/2} 単位を ませ有機ポリシロキサン(膜有機ポリシロキサン は分子当り平均少なくとも8 軽楽原子を有する)、

H(CH₃)₂ S1OS1OS1(CH₃)₂ H

の有限ポリシロキサン(腰有機ポリシロキサンは シロキサン(a)中に存在するピニル散接着1 モル当 り約0.9 万 主1.1 モルの三81月を与えるのに充分 な望で混合物中に存在する)、

(c) 白金粉線(=81 H と O H₂= CH81 = との付加及 応を検解活性化するのに充分な量で存在する) の混合物から本質的に収るキュア可能な超収物。 3. 発明の詳細な短明

19 日本国特許庁

公開特許公報

①特開昭 51-107350

③公開日 昭51. (1976) 9.22②特願昭 √1-//⊥00

②出願日 昭分.(1976) 2.4 審査請求 有 (全4頁)

庁内整理番号 6P+♪ ५+

本発明は、キュア可能な有候ポリシロキサン組成物に関する。一つの観点では、本発明は改良された被獲用樹脂に関する。

#08 IS51-107350(2)

又は水の蒸発なしにキュアされなければならない。 更に感熱性質試験値は、比較的低温でキュアする ほ広物で被質する必要がある。

現在入手できるシリコーン樹脂はこれらの性質 のあるものは示すが、しかし強能、可観性、無循 な抵抗性及び低温キュアの温ましい組合せを有す るものはない。

かくして本発明の一つの目的は、改良されたキュア可能な有機ポリシロキサン組成物を提供する ととである。

本発明のもり一つの目的は、低温で容易にキュ すされた高熱電報紙性を有する強い、可発性被 減を形成する被域用関節を提供することである。 未希明のこれらのそして他の目的は、以下の記 成及び呼幹が深の範囲を考慮すれば当業者に明ら かであろう。

本 希明 に 徒 た ぱ、(a) 7 5 万 至 8 5 モル チ C 4 H 5 R 10 5/2 単位 及 び 1 5 万 至 2 5 モル チ C H 2 = C H (C H 5) 2 8 10 1/2 単位 を 含 有 する 有 様 ポ リ シ ロ キ サン (練 有 機 ポ リ シロ キ サン は 分子 当 り 平均

5 有する。このピニル - 官紀性シロキン卓位は樹 治中栗棲点位(site) として作用する。 このペース様能は、相当するクロロシラン類の

組成物の架橋を与える水業官配性シロキサン(b) は、式

(H(OH;)2810)281(C6H5)2

少なくとも8碓業原子を有する)、切式 O6H5 I H(OH₃)₂81081-0-81(OH₃)₂H

の有機ポリショキサン(疾有機ポリショキサンは、 ショキサン中に存在するビニル監験番1 モルビリ の。9 乃至1.1 モルのEalH を与えるのに死分文法 で混合物中に存在する)、及び(0) 白金触様(三81H と CH2=CH81三 との付加反応を触様活性化するの に光分女量で存在する)、から本質的に収るキュ ア可能な難成物が提供される。

C₆H₅

200,000c。より大きい粘度を有する協会物を与える。キュア可能な協協物中の水源・官能性ショキャン(2)の責任、樹脂(4)の世及び関係のピュル音彙化よって変るが、しかしすべての場合組成物中のピュル音彙集あの1た分をショキャン(2)が存在する。最適無額効果を得るために、三81日対ビュル産験系の比較的1:1であることが超速した。

自全無策のは、自全金集から担保上にな増された自全条集のは、自全金集から担保上にな増された自全をの構造なび単化自全をの利的ののけれの形であつてもよい。これらの形の以ずれのもなる事点を引きなる。サービリーの形であっての場合は、ショネ・ナン・マーのその容易な分数性及びキュア組成物の増生によりないたがに、好きしい触媒である。をはとして有用性を有いるのの自全化合物は当業者によく知られている。

(a)、(b)及び(c)の合計重量の100万重量部当り

特別 昭51-107350(3)

少なくとも 0.1 温祉部の日金が存在すべきである。 しかし、系列の不補物は少量の危媒を簡単に不妨 性化するので、1 万を 2 0 ppa の日金を用いると さが好ましい。更に多量の日金は反応に作用した いか、しかし経済的考慮から上記製件内の金用が 示かされる。

ナルビニルショキン単位を含むペース関連を、相当するクロロシランの加水分解、硬く爆高の存在下に対する平衡、甲和、及び保発分の放散によって調製した。 母素 一水素化物、(KCGI₃),2010,1010(G/B₃)。 (使平衡、中和及び放散によって調製した。各々の附脈に充分を碾機を配え、根皮物中四30/11mCKI₃(モルカリ1,0モルの 田314 を得た。自金触線、((G(B₃))²),2²10142 た、チ組成物中10 ppm 自金を与えのに光分を整で加えた。

これちの組成物は、粘度の違う双体である。 注 型後、 試料を100で16時間キュアした。 新 用いた。 少値(11月) 用 触線 活性 性 組成 物を 5,08 cm 種 アルミニウム 皿 にいれ、 数 し せ し し 知 ワッシャーを支える 強度を得る 点までかん し た。 このワッシャー(2.5 4 cm - 0, D.、)、1,1 cm - 1.0、0.1 6 cm 限す 及 び 6.6 写 重 重) は、 か ルを 磁せ た 配 の 中心 に 屋 き そ し て ワッシャー の 完 全 な 値いを そ え る ために 戻 に 149 の 組 成 物を 面 二酸化チタン、酸化マグネンウム及び類似のもの か含まれる。 御料、染料、W 化防止剂及び剥離剤 の如き他の緩加剤を同様に用いることができる。

このキュア可能な組成物は、複優、性型又は含 後に適常の方法いずれによつても用いることができる。このショキサン関節(4)、水素一宮能性反体 め及び日金粉様(4)はいずれかの望ましい充満角及 び高加利と一欄に混合されそしてその得られる混合物は所望の形に成型され、使いて高値、例えば 100-1250でキュアされる。ある場合には、 物理的性質を改良するために、高温、例えば200℃ で検キュアすることが関す」い。

この組成物は、 延気能品の含炭及び核堰、 延気 コンダクターの核値及び金属及びその 悪体上の保 種コロイドとしての用油に特に有用である。

以下の災痛例は例示のためであり、そして特許 研究の軌間に示された本発明を限定するものと解 されるべきでない。

災 施 例

種々の種のモノフエニルシロキシ単位及びジメ

ド田スした。試料は空気復凝器中100℃で16 時間キュアし、雑額すで冷却しそして皿からとり 出した。被領ワッシャーをドライフィス溶けく くことによつて、キュアした組成物の被暴暴戻を 開定したか、冷却速度は直流計を試料を直接上 致くことによつて道跡した。この破壊器度は、キュアした樹脂中の複数の観察について記録した。 推々のキュア国政物の政策消化を含む物理的性 複生術、提供に示っ

とれちのデータは、ペース海豚の組成物が高強度、健度及び低級装温度の組合せを得るために臨 界的であることを示す。7 1 モルギ が 8810 8/2 単位 合 む樹脂は、本発明の製塑外であり、そしてこ の樹脂は非常に良い無製製造技を示すが、この材料は実質的に強度をも大ない。

更に比較として、7.5 モル 6 が8101/2 及び2.5 モル 6 (08) 2018 2018 101/2 を含有するペース類語を他の三813 智能性来解剤と組合せて用いた。 のこの重応軸は、3.5 モル 6 が2810、5.5 モル 6 (08:) 1810 及び1.6 モル 6 (08:) 1810 日本 6 (

1 0

特朗 昭51-107350(4) 機ポリシロキサン組成物に興する本発明の秘囲内

一 ス 橋 宇 に 存在する CH3 - C

を含有する第二の組成物を同様にして調製した。 1500で14時間やユアした後、この材料は高 耐能領域(〜80000mi)を示したが、しかし 身び無勢な抵抗者無でもつたが、即ち候嫌組度 は1500であった。

特定のペース書版を基礎としてして (H(OH₃)₂810)81¢₂ 楽績剤を含む知き級威物のみが望ましい組合せの物理的性質を有することが明らかである。

合理的修正及び変更は、新規なキュア可能な有

1 3

1 2

(e) HI (e)

(8) 代理人

手町ピルテング331点が 手町ビルテ (211) 3 6 5 1 (代表) 氐 名 (7204) 弁理士 洋 裹 折 Æ 8 (6926) 弁理士 寺 175 Æ 新 人院额 (6772)弁理士 西 Œ, 4

No title available

Publication number: JP52044900U Publication date: 1977-03-30

Inventor: Applicant:

Classification: - international:

i: A63B67/06; A63B65/10; A63B67/00; A63H1/00;

A63B67/06; A63B65/00; A63B67/00; A63H1/00; (IPC1-

7): A63B65/10; A63H1/00

- European:

Application number: JP19750131424U 19750925 Priority number(s): JP19750131424U 19750925

Report a data error here

Abstract not available for JP52044900U

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

①特許出願公告

19日本国特許庁 特許公 BR52-44900 **庁内整理番号 ❸公告 昭和52年(1977) 11月 11日** 識別配号 每日本分類 C 08 L 83/04 25(1)D 81 6779-45 C 08 K 5/54 CAF 25(1) A 271 7438-48 発明の約 1 (全5頁) 2 ル当5約0.9 万至1.1 モルの三 SiH を与えるの のキュア可能な有機ポリシロキサン組成物 に充分な量で混合物中に存在する)、 **6048** M 所 5 1 - 1 1 2 0 0 (e) 自命触載(三SiH とCH。=CHSi = との 付加反応を触嫌活性化するのに完分な量で存在 御出 版 昭51(1976)2月4日 5 +51 4 翻 昭51-107350 ○ 368 51 (1976)9月22日 の混合物から本質的に成るキュア可能な組成物。 優先権主張 @1975年3月13日録アメリ 発明の詳細な説明 力(国)(3) 5 5 8 0 2 6 本発明は、キュア可能な有機ポリシロキサン組 者 ダーレル・デュアンス・ミツチエル 成物に関する。一つの観点では、本発明は改良さ アメリカ合衆国ミシガン州ミツド 10 れた被覆用樹脂に関する。 置換有機塞がメチル、フエニル、ビニル及び/ ランド・レオナード・レーン 又は他の有機基である有機シロキサン樹脂はよく 知られている。これらの樹脂は、種々の機様によ 同 **プラン・エドワード・ミンク** アメリカ合衆国ミンガン州ミツド つて、例えばビニル基を介する架構によるか又は ランド・ノース・ウォルド・ロー 15 三名 | 斑 基と経覚に結合したアルケニル基との自 会触集技応によりキュアされ、硬い不敵材料を形 F1952 の出 露 人 ダウ・コーニング・コー ポレーション 成する。これらの有機シロキサン樹脂の性質、例 えば剛性、高誘電容量、熱分解に対する抵抗性及 アメリカ合衆国ミシガン州ミツド び高速に於ける強度保持性が、これらを多くの異 ランド 四代 選 人 弁理士 後行皓 外3名 20 なる用金に有用ならしめている。 双る用途、例》は被應電気要子及び電気モータ 舒特許請求の範囲 一用コイルの被覆は、頭在人手できる樹脂の用涂 1 (a) 75万至85モル%CoHsSiOa/2 単 としては非常に苛酷な環境を与える。この樹脂は、 位及び15万至25モル%CH,= 職額でたければならず、しかも可線性でありそし CH(CHs) 2 SiO 1/2 単位を含む有機ポリン 25 て繰り返し熱衡準下それらの強度を保持しなけれ ロキサン(設有機ポリシロキサンは分子当り平 ばならない。同様に樹態は、被覆中に泡及び/又 **油少たくとも8社業原子を有する)**。 は空簾の形成を避けるために、復発分例をは密葉 又は水の蒸発なしにキュアされなければならない。 6) 去 更に感染性弱電盤偏は、比較的低温でキュアする CoHs 30 組成物で被覆する必要がある。 現在入手できるシリマーン樹脂はこれらの性質 H(CH3), SIOSIOSI (CHs), H のあるものは示すが、しかし強度、可機性、熱筋 整抵前性及び低素キュアの留すしい組合せを有す CaH **あものはない。** 55 かくして本発明の一つの目的は、改良されたキ の有機ポリシロキサン(数有機ポリシロキサン ユア可能な有機がリンロキサン組成物を提供する はシロキサン(a)中に存在するビニル電機基1モ ととである。 -101-

3 本発明のもう一つの目的は、低端で容易にキュ アポれた高熱衝撃抵抗性を有する強い、可撓性被 養を形成する被機用樹脂を提供することである。

本発明のこれらのそして他の目的は、以下の記 述及び特許請求の範囲を考慮すれば当業者に明6 5 かであろう。

本発明に従えば、(4)75 乃至85モル% CaH: SiOs/2 単位及び15乃差25モル% CH₂ = CH(CH₈)₂ SiO₁/₂ 単位を含有する有 機ポリシロキサン (該有機ポリシロキサンは分子 10 アされた組成物を与える。シロキサン(b)は25℃ 当り平均少なくとも8硅素原子を有する)、(b)式

の有機ポリンロキサン(該有機ポリンロキサンは、 ショキサン中に存在するピニル置換基1モル当り 20 対ビニル置換基の比は約1:1であることが望ま 0.9 万至 1.1 モルの三 S i H を与えるのに充分な 量で混合物中に存在する)、及び(e)臼金熊篠 (三SiH とCH₁=CHSi Ξ との付加反応を触 **維活性化するのは充分な量で存在する)から本質** 的に成るキュア可能な組成物が提供される。

この組成物に於いては、有機ポリシロキサン(a) がベース樹脂であり、その組成は物理的性質の望 ましい組合せを得るために臨界的である。共重合 体中の15万葉85モル%のモノフエニルショギ シロキシ含量は、熱衝撃抵抗性を示す高強度可撓 性キュア材料を得るのに本質的である。好ましい 態様では、共重合体は約75モル% CaHaSiOa/2 単位及び約25モル%CH2=

ニルー官能性シロキシ単位は樹脂中架橋点位 (site)として作用する。

このペース樹脂は、相当するクロロシラン類の 加水分解及び總合によつて容易に調製される。樹 た組成物に物理的強敵を得るのに分子当り少なく とも8柱素原子の下限が必要である。この共重合 体 シロキサン(a)は低粘度液体シロキサン(b)に可溶 な関体である。

組成物の架橋を与える水梁省組性シロキサン(b) は、式

(H(CHa)2 SiO)2 Si(CaHs)2

の特定の重合体である。この賃合体は知られた架 橋前(米国特許第2915497号参照)であり、 そして上記ペース樹脂と組合せて用いられるとき Kは、とこで記述する物性の容異な組合せのキユ で約5 cs の粘度を有しそして樹脂(a)用の希釈剤 として作明し25℃で約3000cs、 乃至 200000 cs より大きい粘度を有する混合物 を与える。 キュア可能な組成物中の水素 一宮純性 15 シロキサン(b)の量は、樹脂(a)の量及び樹脂のビエ ル倉量によつて從るが、しかしすべての場合組成 物中のビニル置換器の1モル当り0.9 乃至1.1モ ルの三SiH を与えるのに充分なシロキサン(b)が 存在する。最適架構効果を得るために、≡SiH Lレン

白金熊鰈(c)は、白金金属から担体上に沈着され た白金、例えばシリカゲル又は粉末活性炭上の塩 化白金、白金の塩及び塩化白金酸の範囲のいずれ 25 の形であつてもよい。 これらの形のいずれのもの も本発明のキニア可能な銀成物中触媒として作用 する。 普通入学されるヘキサヒドラート又は無水 酸いずれかとしての塩化白金酸は、シロキサン中 へのその容易な分散性及びキュア組成物の着色に シ含量及び15万差25モル%のシメチルビニル 30 影響がないために、好ましい触嫌である。触族と して有用性を有する別の白金化合物は当業者によ く知られている。

(a)、(b)及び(e)の合計重量の100万重量部級り 少なくとも9.1重量部の白金が存在すべきである。 $\mathrm{CH}(\mathrm{CH}_3)_2\,\mathrm{SiO}_1/_2$ 単位を含有する。このビ 35 しかし、系内の不純物は少量の触媒を簡単に不活 性化するので、1万至20 ppm の白金は反応に 作用しないが、しかし経済的考慮から上記限界内 の伊用が示唆される。

本発明のキュア可能な組成物が電気部品の被履 贈(a)の糞合変について上機はないが、キエアされ 40 として用いられるときは、その紐成物が被覆中に 空隙又は泡を形成する揮発分の蒸斃なしにキュア することが窘ましい。空隙は、≡SiH としばし はベース機能は中に存在する SiOH との反応に よつて生ずる。必要なときは、ヒドロキシル含量 (3) 特公 昭 5 2 -- 4 4 9 0 0

5 を受容れられる水準に、例えば本発明の好ましい 前様に於いて操定される如く1%より少なく被ら すために、このペース樹脂(a)はアルカリ総合触媒、 例えば水酸化ナトリウムと反応することができる。

松加することができる。 適した売増剤には、ガラ ス繊維、微粉シリカ、粉砕した石英、粉末ガラス、 アスペスト、タルク、カーボンプラツク、酸化鉄、 二酸化チタン、酸化マグネシウム及び類似のもの が含まれる。顔料、染料、酸化防止剤及よ制能剤 10 ppm 白金を与えるのに光分な量で加えた。 の加き他の添加剤を開機に狙いることができる。 このキュア可能な超放物は、被覆、注意又は含 長に通常の方法いずれによっても用いるととがで きる。このシロキサン樹脂(a)、水素-管能性液体 (b)及び白金融媒(c)はいずれかの溜ましい充填剤及 お 5.08 四番 アルミニウム照にいれ、総製しそして び翫加剤と一緒に混合されそしてその得られる混 合物は所望の形に成型され、続いて高温、例えば 100~125℃でキュアされる。ある場合には 物理的性質を改良するために、高温、例えば

2000で後キュアすることが望ましい。 との組成物は、電気部品の含浸及び被覆、電気 コンダクターの被膜及び金属及びその基体上の保 護コロイドとしての用途に特に有用である。 以下の実施例は例示のためであり、そして特許 請求の範囲に示された本発明を限定するものと祭 お 測定したが、冷却速度は温度計を試料の直接上に されるべきでない。 字额例

種々の曇のモノフエニルシロキシ単位及びジメ チルピニルシロキシ単位を含むペース樹脂を、相 当するクロロシランの加水分解、続く塩糖の存在 下に於ける平衡、中和、及び揮発分の放散によつ て調製した。結業一水業化物

(H(CH3), SiO), Si(C6H5), を、同様に相 熟安定充塡剤を本発明のキュア可能な組成物に 5 当するクロロシランの加水分解、続く酸平衡、中 和及び放散によつて調整した。各々の樹脂に充分 な架構剤を加え、組成物中三SiCH=CH。1モ ル当り1.0モルの量SiH を得た。日金触線、 {(CHa) *P } PtC 1, な、各組成物中10

> これらの組成物は、粘度の違う液体である。注 遺後、就料を100℃で16時間キュアした。樹 脂の一部を、熱衝撃試験用試料を振製するために 用いた。少量(119)の触媒活性化組成物を 鏡ワツシヤーを支える強度を得る点までゲル化し た。 とのワツシヤー (2.5 4 cm ~ O.D., 1.1 cm -1.D. 0.16cm厚き及び6.6分重量)は、ゲ ルを載せた風の中心に置きそしてワツシヤーの発 20 金な整いを与えるために更に14 9の組成物を皿 K注入した。試料は空気循環絡中100℃で16 時間キエブし、玄温まで冷却しそして皿からとり 出した。 被覆ワツシヤーを ドライアイス俗中に置 くととによつて、キュアした超成物の破壊態度を 置くことによつて追跡した。この破験機能は、キ ユアした樹脂中の急裂の観察について記録した。 種々のキュア組成物の破蹊温度を含む物理的性

質を施り春に示す。

人 アル素酸の歯段	対集 括性化混合物の粘膜 (cs. 25℃で)	表 成 (プキロメーチーーンヨアD)	國西海費 (pei)	タンジェントキジュラス108	現象機関(で)					
挺	当	V=7D)		7×10°						
82*n% \$ 810, /2 18*n% (CHs) 2 VISIO, /2	~200000	7.0	4825	1.24	0 8 1					
75×x% SiO _{3/1} 25×x%(CH ₃) ₇ ViSiO _{1/1}	3300	s o	4273	9 81 O	4 6					
71 Kn% 4 SiO _{8/2} 29 En% (CH ₆) ₂ ViSiO _{1/2}	1800	0 10	419	0.019	2 5 -					
	7			(4	()		特 公 8	F 8 5	2 -	4 4

(5) 特公 昭52-44900

.

10 を示したが、しかし150で終からとり出したと

これらのデータは、ベース機関の最高が加減整 変、硬度及び低液機関度の総合せを得るために能 界的であることを示す。71 モル% 6 810 ½ 単位を含む機器は、本場明の総置外であり、そし てこの機能は異常に良い機能撃延旋やすが、こ 5 の材料は実際的で譲渡をもなかい。

の資料が実現的に関連をもたない。 更に必定して、75 モルツを 810 1/2 及び 2 5 モルツ (CH,) 2 CH, = CHS10 1/2 を含充 するペース構備を他の三 81 H 宿他性実得別と組 会せて用いた。 第一の起度物は、3 5 モルツ。 10 5 5 モルツ (CH,) 181 IO 及び 1 ロット が 81 CH, - CHS II = 1 セル当り 1 モルー ご 5 CH, - CHS II = 1 モル当り 1 モルー ご 5 CH, - CHS II = 1 セル当り 1 モルー ご 5 CH, - CHS II = 1 セル当り 1 モルー ご 5 CH, - CHS II = 1 セル当り 1 モルー ご 5 CH, - CHS II = 1 セル当り 1 モルー ご 5 CH, - CHS II = 1 セル当り 1 モルー ご 5 CH 2 CHS II = 1 セル当り 1 モルー ご 5 CH 2 CHS II = 1 セル当り 1 モルー ご 5 CH 2 CHS II = 1 セル当り 1 モルー ご 5 CHS II = 1 セル当り 1 モルー ご 5 CHS II = 1 セル当り 1 モルー は 1 CHS II = 1 セルコー は 1 CHS II = 1 セルコー

料定のベース構像を基礎としてして (H(CH₂)2 S10) S1 p2 架 機削を含む如き組 成物のみが望ましい組合せの物理的性質を有する ことが明らかである。

合理的修正及び変更は、新規なキエア可能を有 機ポリシロキサン超成物に関する本発明の範囲内 である。